



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**(21)(22) Заявка: **2012121902/02, 25.05.2012**(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
**25.05.2012**

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: **25.05.2012**(45) Опубликовано: **20.06.2013** Бюл. № 17(56) Список документов, цитированных в отчете о  
поиске: **RU 2361012 C1, 10.07.2009. RLI 2361011 C1,  
10.07.2009. RU 2230821 C1, 20.06.2004. US  
5882446 A, 16.03.1999. US 5151249 A,  
29.09.1992.**

Адрес для переписки:

**620002, г.Екатеринбург, К-2, Мира, 19,  
УрФУ, Центр интеллектуальной  
собственности, Т.В. Маркс**

(72) Автор(ы):

**Кузнецов Валерий Павлович (RU),  
Лесников Владимир Петрович (RU),  
Попов Николай Артемьевич (RU),  
Конакова Ирина Павловна (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Федеральное государственное автономное  
образовательное учреждение высшего  
профессионального образования  
"Уральский федеральный университет имени  
первого Президента России Б.Н. Ельцина"  
(RU)****(54) СПОСОБ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ ОТЛИВОК ИЗ БЕЗУГЛЕРОДИСТЫХ  
ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ ДЛЯ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ЛИТЬЯ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к области металлургии сплавов, а именно к термической обработке отливок из безуглеродистых жаропрочных никелевых сплавов с монокристаллической структурой, предназначенных преимущественно для производства литых турбинных лопаток авиационных, транспортных и промышленных газотурбинных двигателей. Для повышения механических свойств изделий отливки из

безуглеродистых жаропрочных никелевых сплавов с монокристаллической структурой после гомогенизации и двухступенчатого старения подвергают дополнительной обработке путем нагрева до температуры  $1100 \pm 10^\circ\text{C} \leq T_{\text{го}} \leq (T_{\text{ир}\gamma'} - 10^\circ\text{C})$ , где  $T_{\text{ир}\gamma'}$  - температура интенсивного растворения  $\gamma'$  - фазы в сплаве, выдержки при данной температуре и охлаждения со скоростью не менее 50 град/мин. 3 ил., 1 табл., 1 пр.

**RU 2 485 204 C1**

**RU 2 485 204 C1**



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2012121902/02, 25.05.2012**(24) Effective date for property rights:  
**25.05.2012**

Priority:

(22) Date of filing: **25.05.2012**(45) Date of publication: **20.06.2013 Bull. 17**

Mail address:

**620002, g.Ekaterinburg, K-2, Mira, 19, UrFU,  
Tsentr intellektual'noj sobstvennosti, T.V. Marks**

(72) Inventor(s):

**Kuznetsov Valerij Pavlovich (RU),  
Lesnikov Vladimir Petrovich (RU),  
Popov Nikolaj Artem'evich (RU),  
Konakova Irina Pavlovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe avtonomnoe  
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego  
professional'nogo obrazovanija "Ural'skij  
federal'nyj universitet imeni pervogo Prezidenta  
Rossii B.N. El'tsina" (RU)****(54) METHOD FOR HEAT TREATMENT OF CASTINGS FROM CARBON-FREE HEAT-RESISTANT  
NICKEL ALLOYS FOR MONOCRYSTALLINE CASTING**

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: after homogenisation and two-stage ageing the proposed material is subject to additional treatment by heating to the temperature of  $1100+10^{\circ}\text{C} \leq T_{\text{to}} \leq (T_{\text{id y'}} - 10^{\circ}\text{C})$ , where  $T_{\text{id y'}}$  -intensive dilution temperature of  $\gamma'$ -phase in the alloy, exposure at this temperature and cooling at the rate of not less than 50 deg/min.

EFFECT: improving mechanical properties of casting products from carbon-free heat-resistant nickel alloys with monocrystalline structure.

3 dwg, 1 tbl, 1 ex

Изобретение относится к области металлургии сплавов, а именно к термической обработке отливок из безуглеродистых жаропрочных никелевых сплавов с монокристаллической структурой, предназначенных преимущественно для производства литых турбинных лопаток авиационных, транспортных и

промышленных газотурбинных двигателей.

Термическая обработка отливок монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС) является финишным этапом формирования микроструктуры, обеспечивающей в дальнейшем максимальную жаропрочность. Поэтому наряду с поиском новых составов сплавов не меньшее внимание уделяется разработке режимов термической обработки, которая в данном случае имеет большее значение, чем для сплавов традиционного легирования. Как правило, такая термическая обработка является многостадийной и состоит из гомогенизации и двух этапов старения.

Известен способ термической обработки, применяющийся для монокристаллических отливок ЖНС, включающий три этапа - на первом этапе детали нагревают до температур в интервале от температуры полного растворения  $\gamma'$ -фазы до температуры плавления эвтектики ( $1300...1320^\circ\text{C}$ ), выдерживают от нескольких минут до нескольких часов и охлаждают со скоростью более 100 град/мин; на втором производят нагрев детали до температуры, близкой к рабочей температуре  $1030...1050^\circ\text{C}$  (старение 1), выдерживают и охлаждают со скоростью более 100 град/мин; на третьем этапе детали нагревают до температуры  $870...900^\circ\text{C}$  (старение 2), выдерживают и охлаждают (Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов/ Р.Е.Шалин, И.Л.Светлов, Е.Б.Качанов и др. - М.: Машиностроение, 1997, с.51-52) - аналог.

Недостатком этого способа является увеличение размера литейных микропор и суммарного количества микропор в результате термической обработки, что приводит к снижению прочностных характеристик сплава, например, таких, как временное сопротивление разрыву ( $\sigma_B$ ), условный предел текучести ( $\sigma_{0,2}$ ) и пластичность ( $\delta$ ).

Известны способы термической обработки ЖНС, включающие многоступенчатые нагревы и изотермические выдержки (Каблов Е.Н. Литые лопатки газотурбинных двигателей (сплавы, технологии, покрытия). М.: МИСиС, 2001 г., с.108-116; патент RU №2230821 C1, 21.03.2003) - аналог.

Недостатками этих способов является большая длительность процесса термической обработки, а также не устраняемая в процессе обработки дендритная ликвация, что может приводить к уменьшению прочностных свойств ЖНС ( $\sigma_{0,2}$ ;  $\sigma_B$ ;  $\delta$ ).

Наиболее близким по технической сущности и назначению является способ обработки отливок из жаропрочных никелевых сплавов для монокристаллического литья, включающий термическую обработку отливок, а в качестве термической обработки использует гомогенизацию и старение, причем гомогенизацию проводят путем нагрева до температуры  $(T_{\text{пр}}-15^\circ\text{C}) \leq T_{\text{гом}} \leq (T_{\text{пр}}+10^\circ\text{C})$ , где  $T_{\text{пр}}$  - температура полного растворения  $\gamma'$ -фазы в сплаве, выдержки при данной температуре и охлаждения со скоростью 50-100 град/мин (патент RU №2361012 C1, 10.07.2009), принятым за прототип.

Недостатком данного решения является то, что даже после оптимальной термообработки монокристаллические ЖНС не обладают высокими механическими свойствами, например  $\sigma_{0,2}$ ;  $\sigma_B$ ;  $\delta$ .

Технической задачей настоящего изобретения является разработка способа термической обработки отливок из безуглеродистых жаропрочных никелевых сплавов для монокристаллического литья, который бы обеспечил повышение механических

свойств изделий, изготовленных из этих сплавов.

Указанный технический результат достигается тем, что в предлагаемом способе термической обработки отливок из безуглеродистых жаропрочных никелевых сплавов для монокристаллического литья отливки после гомогенизации и двухступенчатого старения подвергают дополнительной термической обработке путем нагрева до температуры  $1100 \pm 10^\circ\text{C} \leq T_{\text{то}} \leq (T_{\text{ир } \gamma'} - 10^\circ\text{C})$ , где  $T_{\text{ир } \gamma'}$  - температура интенсивного растворения  $\gamma'$ -фазы в сплаве, выдержки при данной температуре и охлаждения со скоростью не менее 50 град/мин.

Проведены экспериментальные исследования тонкой структуры, химического и фазового состава монокристаллического ЖНС ЖС36-ВИ, размера и состава  $\gamma$  - и  $\gamma'$  - фаз в сплаве после различных термических обработок (Кузнецов В.П., Лесников В.П. и др. Структурные и фазовые превращения в монокристаллическом сплаве ЖС36-ВИ [001] после выдержек в интервале температур 1050-1300°C // МиТОМ. 2012. №2. С.38-44).

Получение монокристаллических образцов с кристаллографической ориентацией (КГО) [001] осуществляли в промышленных условиях на установках типа УВНК-8П без жидкометаллического охладителя со скоростью кристаллизации 3 мм/мин. КГО задавали затравками из Ni-W -сплава. Отклонение ростовой структуры от КГО [001] не превышало 4°.

Термическая обработка сплава ЖС36-ВИ состояла из гомогенизирующей выдержки при  $1310 \pm 10^\circ\text{C}$  в течение 4 ч, последующей закалки со скоростью охлаждения не ниже 100°C/мин и двухступенчатого старения при  $1030 \pm 10^\circ\text{C}$ ,  $\tau=4$  часа и  $870 \pm 10^\circ\text{C}$ ,  $\tau=32$  часа.

Охлаждение со скоростью от 50 до 100 град/мин обусловлено тем, что при такой регламентации скорости охлаждения, с одной стороны, удастся зафиксировать при комнатной температуре микроструктуру сплава, сформировавшуюся при термической обработке.

После стандартной термической обработки для сплава ЖС36-ВИ типична структура, представленная на рис.1. Видно, что в результате такой обработки получена однородная, дисперсная ( $\gamma+\gamma'$ ) -структура с высокой объемной долей упрочняющей  $\gamma'$ -фазы (75%) размером 0,3-0,4 мкм (Рис 1).

Частицы  $\gamma'$ -фазы имеют характерную кубоидную форму. Электронографический и микродифракционный анализ показывают, что частицы  $\gamma'$ -фазы выстроены в направлениях типа  $[100]_{\gamma}$  монокристалла.

На специальных образцах из сплава ЖС36-ВИ были исследованы калориметрические эффекты (ДСК) при нагреве со скоростью 20°C/мин в термоанализаторе. На кривых ДСК наблюдаются экзо - и эндотермические пики реакций в образце. По кривым ДСК и их производных (dДСК) были определены температуры фазовых переходов в сплаве: начальная, пиковая и конечная.

Пик ДСК при 874°C в процессе нагрева соответствует начальным процессам растворения  $\gamma'$ -фазы в твердом растворе, а в интервале до 1000°C происходит растворение  $\gamma'$ -частиц, имеющих бимодальное распределение по размерам. При 1245°C  $\gamma'$ -фаза начинает интенсивно растворяться, а при 1312°C происходит полное растворение  $\gamma'$ -фазы и остатков неравновесной эвтектики ( $\gamma+\gamma'$ ), а сплав переходит в однофазное состояние  $\gamma$ -твердого раствора.

В процессе длительных выдержек в интервале температур 1100...1200°C первичная  $\gamma'$ -фаза сплава ЖС36-ВИ [001] теряет свою кубоидную огранку, происходит ее сращивание и рост размера. Движущей силой такого изменения морфологии  $\gamma/\gamma'$  -

структуры сплава под влиянием температуры является несоответствие параметров решеток и модулей упругости  $\gamma$  - и  $\gamma'$  -фаз. При высокотемпературных выдержках в  $\gamma'$  - фазе значительно возрастает концентрация Al, Ti, Nb и резко уменьшается содержание тугоплавких элементов W, Re, Mo, Cr, а также происходит рост прослоек  $\gamma$  - фазы и изменение ее химического состава: обогащение тугоплавкими элементами сплава.

При охлаждении после высокотемпературных выдержек в прослойках  $\gamma$  -фазы образуется ультрамелкодисперсная смесь фаз ( $\gamma_n + \gamma'_n$ ). Мелкие частицы  $\gamma'_n$  имеют размеры 20-60 нм, а прослойки  $\gamma_n$  - фазы между частицами  $\gamma'_n$  имеют толщину порядка 5-10 нм и также относятся к наноразмерным, что показано на рис.2.

Таким образом сплав ЖС36-ВИ после высокотемпературных выдержек в 1100...1200°C и охлаждения имеет следующее структурное состояние: крупная  $\gamma'$  первичная + мелкодисперсная смесь  $\gamma_n/\gamma'_n$  наноразмерного уровня, как показано на рис.3.

Изменение химического состава  $\gamma'$  - и  $\gamma$  -фаз приводит к значительному изменению параметров кристаллических решеток  $\gamma'$  - и  $\gamma$  -фаз и возникновению напряжений на межфазных границах. При релаксации этих напряжений возникают дислокации на границе  $\gamma/\gamma'$  -фаз, а также парные дислокации в крупной  $\gamma'$  -фазе. Частицы наноразмерного уровня  $\gamma'_n$  формируются практически без дислокационных сеток, поэтому они находятся в более напряженном состоянии, чем частицы первичной  $\gamma'$  - фазы. Частицы  $\gamma'_n$  -фазы заполняют каналы  $\gamma$  -фазы в ( $\gamma + \gamma'$ ) структуре сплава и обеспечивают сохранение высокой прочности при высоких температурах.

В случае, если температура выдержки ниже 1100°C ( $\leq T_{\text{ир}} \gamma' - 150^\circ\text{C}$ ), то в сплаве происходит значительное образование ТПУ - фаз ( $\mu$  - фазы), вызывающих ухудшение эксплуатационных характеристик. Если температура выдержек выше 1200°C ( $\geq T_{\text{ир}} \gamma' - 50^\circ\text{C}$ ), то происходит ускоренное растворение  $\gamma'$  -фазы в сплаве, а при охлаждении образуется регулярная  $\gamma/\gamma'$  -структура без упрочняющих частиц наноразмерного уровня, что не обеспечивает высоких прочностных свойств сплава.

Как известно, деформационное поведение и характеристики прочностных и пластических свойств безуглеродистых монокристаллических никелевых сплавов с ( $\gamma + \gamma'$ ) структурой, в т.ч. и сплава ЖС36-ВИ, являются структурно-чувствительными. Это подтверждают результаты определения кратковременных механических свойств ( $\sigma_{0,2}$ ;  $\sigma_B$ ;  $\delta$ ) сплава ЖС36-ВИ после длительных высокотемпературных выдержек. Соппротивление деформированию монокристалла ЖС36-ВИ после температурных выдержек растет с изменением состава  $\gamma'$  -фазы, увеличением энергии и плотности границ  $\gamma/\gamma'$ , за счет образования смеси ( $\gamma + \gamma'$ ) наноразмерного уровня и повышения величины внутренних напряжений.

Пример конкретного выполнения

Для осуществления предлагаемого изобретения отливались монокристаллические образцы с КТО [100] из жаропрочного никелевого сплава ЖС36-ВИ, которые подвергали следующей термической обработке:

а) гомогенизации при температуре 1315°C в течение 4 часов, охлаждению со скоростью  $\leq 100^\circ\text{C}/\text{мин}$  и двухступенчатому старению

1 ступень - 1030°C в течение 4 часов,

2 ступень - 870°C в течение 32 часов (прототип);

б) гомогенизации при температуре 1315°C в течение 4 часов охлаждение со скоростью  $\leq 100^\circ\text{C}/\text{мин}$ , двухступенчатому старению при  $T=1030^\circ\text{C}$  в течение 4 часов и при  $T=870^\circ\text{C}$  в течение 32 часов, а затем дополнительной термической обработке при температуре 1200°C в течение 20 часов, охлаждение со скоростью  $\geq 60^\circ\text{C}/\text{мин}$

(предлагаемый способ).

Из образцов сплава ЖС36-ВИ после различных видов термической обработки изготавливались стандартные образцы и определялись кратковременные механические свойства сплава при  $T=25^{\circ}\text{C}$  (ГОСТ 1497-84) и  $T=975^{\circ}\text{C}$  (ГОСТ 9651-81) в условиях

растяжения на установке INSTRON-3382:  $\sigma_b$ ,  $\delta$ .

В таблице 1 приведены средние значения кратковременных механических свойств сплава ЖС36-ВИ с КГО [100].

Таблица 1						
Способ термической обработки	Предварительная термическая обработка	Дополнительная термическая обработка	$\sigma_b$ , МПа		$\delta$ , %	
			При $T=25^{\circ}\text{C}$	При $T=975^{\circ}\text{C}$	При $T=25^{\circ}\text{C}$	При $T=975^{\circ}\text{C}$
Предлагаемый	Гомогенизация при температуре $1315^{\circ}\text{C}$ в течение 4 часов, охлаждение со скоростью $\leq 100^{\circ}\text{C/мин}$ , двухступенчатое старение при $1030^{\circ}\text{C}$ в течение 4 часов и при $-870^{\circ}\text{C}$ в течение 32 часов.	Выдержка при $T=1200^{\circ}\text{C}$ в течение 20 часов, охлаждение со скоростью $\geq 60^{\circ}\text{C/мин}$ .	1300	1160	20,5	22,0
Прототип	Гомогенизация при температуре $1315^{\circ}\text{C}$ в течение 4 часов, охлаждение со скоростью $\leq 100^{\circ}\text{C/мин}$ , двухступенчатое старение при $1030^{\circ}\text{C}$ в течение 4 часов и при $-870^{\circ}\text{C}$ в течение 32 часов.	нет	1080	890	16,0	21,0

Из сопоставления результатов кратковременных механических свойств при  $T=25^{\circ}\text{C}$  и  $T=975^{\circ}\text{C}$  следует, что заявляемый способ обеспечивает увеличение предела прочности и пластичности монокристаллического жаропрочного никелевого сплава на 20...30%.

#### Формула изобретения

Способ термической обработки отливок из безуглеродистых жаропрочных никелевых сплавов для монокристаллического литья, включающий гомогенизацию и последующее двухступенчатое старение, отличающийся тем, что после старения отливку подвергают дополнительной обработке путем нагрева до температуры  $(1100 \pm 10)^{\circ}\text{C} \leq T_{\text{то}} \leq (T_{\text{ир}\gamma'} - 10^{\circ}\text{C})$ , где  $T_{\text{ир}\gamma'}$  - температура интенсивного растворения  $\gamma'$ -фазы в сплаве, выдержки при данной температуре и охлаждения со скоростью не менее 50 град/мин.

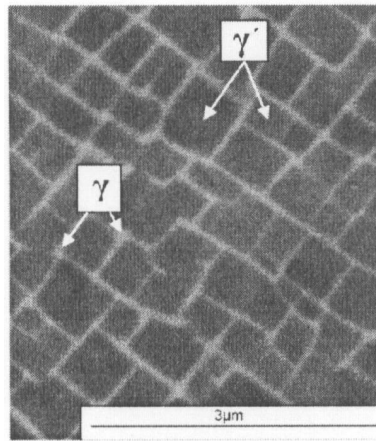


Рис.1

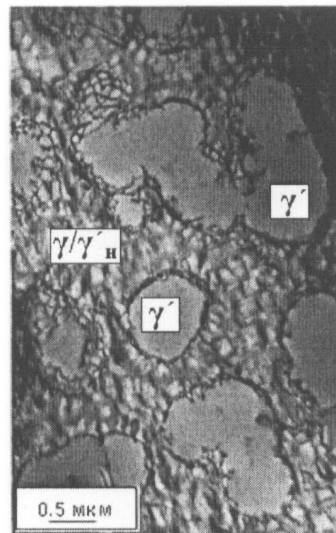


Рис.2

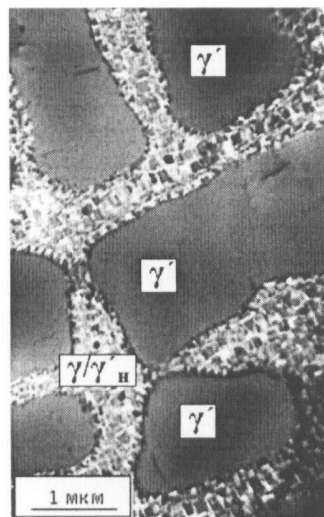


Рис.3